# 顕微ラマン分光法を用いたイオン液体処理木材の 化学成分分析

#### (京府大院生環) 〇神林徹、宮藤久士



京都府立大学大学院生命環境科学研究科環境科学専攻 Tel/Fax:075-703-5646 E-mail:miyafuji@kpu.ac.jp

● 近年、ある種のイオン液体がセルロースを溶解し、さらに木材も液化し得ることが明らかになり、木材の有効利用を念頭においた新たな技術開発が盛んに行われている。また、木材とイオン液体の反応性について、化学的および組織形態的の両視点から研究が進められており、そのメカニズムは徐々に明らかになってきている。本研究では、イオン液体が木材の細胞壁に及ぼす影響をトポ化学的に解明するため、セルロース溶解性を有するイオン液体である1-エチル-3-メチルイミダゾリウムクロリド([C2mim][Cl]) によりスギ (Cryptomeria japonica) を処理し、顕微レーザーラマン分光装置を用いて分析を行った。

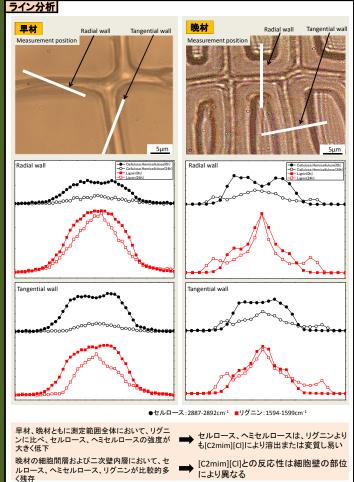
## イオン液体について 常温付近(100℃程度以下)に融点を持つ 有機塩の総称 >溶解力に優れる ▶ 揮発性が極めて低い (例) 1-エチル-3-メチルイミダゾリウムクロリド ▶ 化学的·熱的安定性 [C2mim][CI] ・反応溶媒として再利用可能 ➡ 環境への負荷が小さい ・木材を液化する ➡ 木材からの新たな有用物質の変換技術として期待 顕微ラマン分光法について

## 励起光(レーザー) ラマン散乱光 · · · 照射した光が物質に当った後、わずか にエネルギーがシフトして(波長が変化 して)放出される微弱な光 レイリー散乱 波長の変化幅は物質固有であり、ラマン散乱光を分光 することで、物質が持つ様々な情報を得ることが出来る 吸収 ラマン分光法 + 顕微鏡 ■ 顕微ラマン分光法 透過

- ◆前処理の必要がなく、試料をそのままの形で測定可能
- ◆気体、液体、固体など物質の状態に関係なく測定可能
- ◆ガラスなどの透明な容器に入れた物質の測定可能 ◆分解能は約1µmであり、IR(分解能:約10µm)よりも局所的な分析ができる
- ◆水を含んだ試料の測定可能

#### ポイント分析 二次壁中層(S2)、細胞間層(CML)、セルコーナー(CC)(未処理)のラマンスペクトル ▶ S2層ではセルロースおよびへミ セルロース、セルコーナーではリグニンの濃度が高い Intensity 1270 - Aryl-O of aryl OH and arvl O-CH 1333 - HCC and HCO bending 1376 - HCC and HCO bending 1650 - Ring conjugated C=C stretching of coniferyl 3000 2750 1750 1500 1250 1000 750 alcohol ;C=O stretching of coniferaldehyde 2889 - CH and CH<sub>2</sub> stretching 処理前後(0時間、24時間後)のラマンスペクトル 24時間処理後は全体的に強 - 0h 度低下がみられた 膨潤による密度の低下や、セ Raman Intensity ルロース、ヘミセルロース、リ グニンの溶出 ▶[C2mim][CI]処理前後でピーク 強度が部分的に変化した (1270~1376.1650cm<sup>-1</sup>等) 1250 1000 750 セルロースやヘミセルロース、 1750 1500 リグニンの一部が変質 Raman Shift (cm<sup>-1</sup>)

### 実験方法 スギ辺材(Cryptomeria japonica) - ソックスレー抽出:アルコール/ベンゼン(1/2(v/v)) ・スライディングミクロトームによる切り出し [C2mim][CI]**処理(120℃**, 24h) 蒸留水洗浄(一晩) -分析条件-励起レーザー:532nm [C2mim][CI]処理薄切片 コンフォーカルホール:500μm 分光器スリット:100μm 回折格子:600gr./mm 対物レンズ:×100 **直微ラマン分光分析** 120°C 血球計算盤 薄切片 [C2mim][CI]



#### まとめ

- > [C2mim][Cl]は、組織構造を保った状態のままセルロース、ヘミセルロースおよびリグニンを可溶化または変質させ、その反応性はリグニン よりもセルロース、ヘミセルロースの方が大きい。
- > [c2mim][Cl]との反応性は細胞壁の部位により異なり、細胞間層およびs2層において細胞壁成分が比較的多く残存する。
- ▶ 顕微ラマン分光法は、イオン液体処理木材の化学成分分析に有効かつ簡便な手法である。